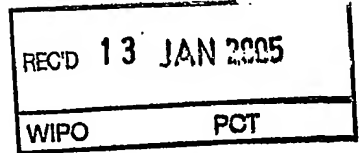


18.11.2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年10月31日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-373074
[ST. 10/C]: [JP 2003-373074]

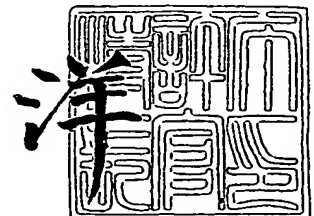
出 願 人
Applicant(s): 株式会社トクヤマ

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年12月22日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2004-3117070

【書類名】 特許願
【整理番号】 TTP0310311
【提出日】 平成15年10月31日
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿
【国際特許分類】 C04B037/00
【発明者】
 【住所又は居所】 山口県周南市御影町 1-1 株式会社トクヤマ内
 【氏名】 江崎 龍夫
【発明者】
 【住所又は居所】 山口県周南市御影町 1-1 株式会社トクヤマ内
 【氏名】 佐藤 秀樹
【発明者】
 【住所又は居所】 山口県周南市御影町 1-1 株式会社トクヤマ内
 【氏名】 東 正信
【特許出願人】
 【識別番号】 000003182
 【氏名又は名称】 株式会社トクヤマ
 【代表者】 中原 茂明
 【連絡先】 東京都渋谷区渋谷 3丁目 3番 1号 株式会社トクヤマ 知的財産
 部 電話 03-3499-8946
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 003584
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

接合面の少なくとも一部に、厚み $15 \sim 100 \mu\text{m}$ のタングステン又はモリブデンよりなる焼結金属層が形成された窒化アルミニウム焼結体の接合体であって、前記焼結金属層のシート抵抗値が $1 \Omega/\square$ 以下であり、且つ前記焼結金属層の反りが $100 \mu\text{m}/100 \text{mm}$ 以下であることを特徴とする窒化アルミニウム接合体。

【請求項 2】

二つの窒化アルミニウム焼結体をタングステン又はモリブデンよりなる焼結金属層を介して接合するに際し、下記の工程を含むことを特徴とする窒化アルミニウム接合体の製造方法。

- (1) 少なくとも一方の窒化アルミニウム焼結体の接合面に焼結金属層を存在させる範囲で凹部を形成する加工工程、
- (2) 上記凹部に粒径 $3.5 \mu\text{m}$ 以下のタングステン粉末又はモリブデン粉末を主成分とする導電性ペーストを充填する充填工程、
- (3) 接合面全面に窒化アルミニウムを主成分とする AlN ペーストの層を形成する接着層形成工程、
- (4) 次いで上記ペーストの脱脂処理を行う脱脂工程、
- (5) 窒化アルミニウム焼結体を接合面において $0.5 \sim 10 \text{MPa}$ の圧力で圧接させながら、 $1600 \sim 1700^\circ\text{C}$ の温度で $0.5 \sim 4$ 時間加熱する一次焼結工程、
- (6) 次いで、 1800°C を越え、 1900°C 以下の温度で $2 \sim 8$ 時間加熱する二次焼結工程。

【請求項 3】

充填工程において、前記凹部に充填する導電性ペーストを、凹部の体積に対して固形分換算で $1.05 \sim 1.5$ 倍の体積となるように充填する請求項 2 記載の窒化アルミニウム接合体の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】窒化アルミニウム接合体及びその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体製造装置において、半導体ウエハーを載置して処理するための静電チャックとして有用な窒化アルミニウム接合体に関する。詳しくは、窒化アルミニウム焼結体を、焼結金属層を介して接合された窒化アルミニウム接合体（以下、A1N接合体ともいう。）であり、静電チャックとしてとして使用した場合、半導体ウエハーの処理を均一に行うことが可能であり、且つ、耐久性も良好な接合構造体である。

【背景技術】

【0002】

シリコンウエハー等の半導体ウエハーに膜付けやエッチングなどの処理をおこなう工程では、半導体ウエハーの微細化の進行に伴い、ドライプロセスが中心になってきている。さらに、半導体ウエハーの大型化も進み、コストダウンのための歩留まりの更なる向上が求められる中で、半導体製造装置における半導体ウエハーを載置する台としては、半導体ウエハーの裏面全体を吸着して保持することができ、それによって、半導体ウエハー処理面の全面での膜付けやエッチング処理を可能にする静電チャックが使われるようになっていく。

【0003】

一方、半導体製造工程におけるドライプロセスでは、エッチングガスや、膜付け処理後の真空容器内のクリーニングガスとして、プラズマ励起された、塩素系やフッ素系のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、プロセス条件によっては、急速な加熱や冷却を行うこともある。さらには、大型化した半導体ウエハー表面に膜付けを行う処理においては、均質な薄膜を精度良く作製することが、また、エッチング処理においては、半導体ウエハー上に形成された各種薄膜を大面積で均一にエッチングすることが要求される。

【0004】

そこで、静電チャックに使用する材料には、プラズマ励起されたハロゲン系腐食性ガスへの耐食性や耐熱衝撃性に優れ、しかも高い熱伝導性を備えた窒化アルミニウム焼結体が使われるようになってきている。

【0005】

上記静電チャックの構造は、セラミックス基板上に高融点金属よりなる焼結金属層を電極として設け、その上に誘電層となるもう一つのセラミックス基板を接合したものが一般的である。

【0006】

また、誘電層の厚み、すなわち、半導体ウエハーと誘電層の接触面から焼結金属層までの距離を均一にすることが、保持する半導体ウエハーの裏面全面を均一に吸着するために必要である。

【0007】

従来、上記焼結金属層を有する窒化アルミニウムの板状焼結体は、焼結する際の寸法変化による問題を回避するため、板状の焼結体を製造した後、これらの焼結体間の表面上に導電性ペーストを塗布した後、焼成して焼結金属層を形成し、次いで、接着剤を介して接合することにより製造されていた（特許文献1参照）。

【0008】

また、上記特許文献1には、焼結体に溝を設けて導電性ペーストを充填することにより、前記焼結金属層を確実に形成することについても記載されている。係る溝を形成する技術は、窒化アルミニウム焼結体の接合体を接合する際に厚い焼結金属層を介在させる場合、従来より適用されている技術である（特許文献2および3参照）。

【0009】

そして、上記方法によれば、反りが無く、表面から均一な距離で焼結金属層が形成された窒化アルミニウム焼結体接合体が得られることが報告されている。

【0010】

【特許文献1】特開2002-57207号公報

【特許文献2】特開2002-176096号公報

【特許文献3】特開2002-173378号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

ところで、窒化アルミニウムヒーターの場合には、通常、数オーム程度の抵抗の焼結金属層に100～200V程度の電圧を印加し、焼結金属層を発熱させるが、これに対して、窒化アルミニウム静電チャックの場合には、通常、1kV以上の高電圧を前記形成された焼結金属層に印加し、誘電層に静電吸着力を発生させるのが一般的である。また、最新鋭の半導体装置において、静電チャックはドライエッチング装置やCVD装置の真空チャンバー内で、直流高電圧印加により半導体ウエハーを吸着し、さらにエッチングや膜付けのために真空チャンバー内に導入されたハロゲン系腐食性ガスあるいは反応ガスのプラズマを発生させるために、例えば13.56MHzという高周波を、2から3kVという高電圧で印加されるという、電気的に見ても厳しい環境下に置かれる。

【0012】

従って、上記環境下で窒化アルミニウム焼結体接合体を静電チャックとして使用する場合、焼結金属層において極めて高い導電性が要求されることとなる。即ち、焼結金属層の導電性が低い場合、その抵抗により、焼結金属層の平面方向に高い電位差が生じ、静電吸着力に高低が生じたり、特に、焼結金属層の周辺においては、絶縁破壊が起こり易いという問題が懸念される。

【0013】

そこで、前記焼結金属層の導電性を向上せしめる方法として、粒径の小さい金属粒子を含有する導電性ペーストを使用し、該焼結金属層を緻密化することが考えられる。

【0014】

ところが、粒径の小さい金属粒子を含有する導電性ペーストを使用した場合、焼成時の収縮が著しく、前記製法により窒化アルミニウム焼結体接合体を製造した場合、接合を行なう前から焼結体に反りが生じ易くなり、特に、窒化アルミニウム焼結体の表面に溝部の如き、凹部を形成して、焼結金属層を15～100 μ mと、比較的厚く形成しようとして場合には、得られる接合体においても著しい反りを発生することとなる。

【0015】

従って、本発明の目的は、比較的厚い焼結金属層を内蔵した窒化アルミニウム焼結体接合体であり、該焼結金属層の導電性が極めて高く、しかも、反りの発生が極めて小さく抑えられ、静電チャックの用途に好適な窒化アルミニウム接合体を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0016】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた。その結果、窒化アルミニウム焼結体の接合面に設けた凹部に、特定の小さい粒径に制御された金属粒子を使用した導電性ペーストを充填し、窒化アルミニウム焼結体を窒化アルミニウムを主成分とする接着層を介して積層した状態で、脱脂、焼結して接合体を構成することにより、極めて低いシート抵抗値を有する導電層が形成され、且つ、接合体の反りも極めて低く抑えられた接合体を開発することに成功し、本発明を提案するに至った。

【0017】

即ち、本発明は、接合面の少なくとも一部に、厚み15～100 μ mのタングステン又はモリブデンよりなる焼結金属層が形成された窒化アルミニウム焼結体の接合体であって、前記焼結金属層のシート抵抗値が1 Ω/\square 以下であり、且つ前記焼結金属層の反りが100 μ m/100mm以下であることを特徴とする窒化アルミニウム接合体である。

【0018】

また、本発明は、上記接合体を製造するために好適な方法として、二つの窒化アルミ

ニウム焼結体をタングステン又はモリブデンよりなる焼結金属層を介して接合するに際し、下記の工程を含むことを特徴とする窒化アルミニウム接合体の製造方法をも提供するものである。

(1) 少なくとも一方の窒化アルミニウム焼結体の接合面に焼結金属層を存在させる範囲で凹部を形成する加工工程、

(2) 上記凹部に粒径 $3.5 \mu\text{m}$ 以下のタングステン粉末又はモリブデン粉末を主成分とする導電性ペーストを充填する充填工程、

(3) 接合面全面に窒化アルミニウムを主成分とする AlN ペーストの層を形成する接着層形成工程、

(4) 次いで上記ペーストの脱脂処理を行う脱脂工程、

(5) 窒化アルミニウム焼結体を接合面において $0.5 \sim 10 \text{ MPa}$ の圧力で圧接させながら、 $1600 \sim 1700^\circ\text{C}$ の温度で $0.5 \sim 4$ 時間加熱する一次焼結工程、

(6) 次いで、 1800°C を越え、 1900°C 以下の温度で $2 \sim 8$ 時間加熱する二次焼結工程。

【0019】

更に、本発明は、上記方法において、焼結金属層を確実に形成する方法として、前記充填工程において、前記凹部に充填する導電性ペーストを、凹部の体積に対して固形分換算で $1.05 \sim 1.5$ 倍の体積となるように充填することを特徴とする窒化アルミニウム接合体の製造方法をも提供する。

【発明の効果】

【0020】

本発明の窒化アルミニウム接合体は、焼結金属層の反りが小さく抑えられていることから、これを使用した静電チャックにおいて、半導体ウエハーの裏面全体を均一に吸着することが可能である。

【0021】

また、接合体内部の焼結金属層が緻密な組織で、シート抵抗値が $1 \Omega/\square$ 以下である。このように、低いシート抵抗値を有する焼結金属層を内蔵した接合体は、本発明によって初めて提案されたものである。

【0022】

従って、本発明の窒化アルミニウム焼結体接合体は、静電チャックとして使用した場合、最新鋭の実際の半導体製造装置で長期間繰り返し使用しても、ジュール熱の局部的発生や前記焼結金属層内での電気放電が抑えられ、長期間にわたって安定した性能を発揮することが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0023】

以下、本発明を図面に従って詳細に説明するが本発明の態様は、かかる図面に示されたものに何ら限定されるものではない。

【0024】

(窒化アルミニウム接合体)

図1は、本発明の AlN 接合体の代表的な態様を示す断面図である。また、図2は、 AlN 接合体における焼結金属層の反りの測定方法を示す概念図である。

【0025】

本発明の AlN 接合体は、接合面に焼結金属層2が形成された窒化アルミニウム焼結体1-a、1-bの接合体を基本的な構造とする。

【0026】

上記窒化アルミニウム焼結体1-a、1-bは、一般に、厚み $1 \sim 100 \text{ mm}$ 、好ましくは、 $5 \sim 50 \text{ mm}$ の板状である。上記それぞれの窒化アルミニウム焼結体は、同じ厚みを有するものでも良いが、静電チャックを構成する場合、一般には、吸着面側で誘電層となる窒化アルミニウム焼結体1-bを薄く構成し、他方の窒化アルミニウム焼結体1-a

は、強度を維持するために厚めに構成することが好ましい。かかる誘電層となる窒化アルミニウム焼結体 1-b の厚みは、1~20mm 程度が好適である。

【0027】

また、前記窒化アルミニウム焼結体の平面形状は、例えば、静電チャックとして使用する場合、円形等の形状が一般的である。

【0028】

前記窒化アルミニウム焼結体は、公知の方法によって得られたものが特に制限無く使用されるが、焼結体中の酸素濃度が 1% 以下であり、焼結助剤が 0.5% 以下の焼結体を使用するのが好ましい。

【0029】

本発明において、前記焼結金属層 2 は、前記静電チャックの用途において、電極の回路パターンを形成するものであり、図 1 に示すように単純にベタのパターンで存在する場合もあるし、線状のパターンで存在する場合もある。

【0030】

上記焼結金属層を構成する材質としては、タングステン又はモリブデンの如き高融点金属が使用される。即ち、焼結金属層の材質に低融点金属を用いると焼結体同士を接合する際、焼結体中に拡散し、焼結体の体積抵抗値が小さくなることがある。また、窒化アルミニウム焼結体の接合界面に流れ込み、静電チャックとして用いた時、外部へ電流がリークすることもある。

【0031】

上記焼結金属層の占める割合は、一般に接合面の一部であっても全体であってもよいが、一般に、焼結金属層の反りが発生し易いのは、接合面に対して 50~90%、好ましくは、60~80% の範囲で焼結金属層が存在する場合であり、本発明はかかる範囲で焼結金属層を有する A1N 接合体に対して効果的に適用される。

【0032】

本発明の A1N 接合体において、上記焼結金属層の厚みは、15~100 μm 、好ましくは、20~90 μm である。即ち、上記焼結金属層の厚みが、15 μm より薄い場合、シート抵抗値を十分低くすることが困難である。また、焼結金属層の厚みが 100 μm を越えた場合、シート抵抗値の向上効果が頭打ちとなるばかりでなく、A1N 接合体の反りに対する影響が著しくなる。

【0033】

上記焼結金属層 2 を、窒化アルミニウム焼結体 1-a、1-b との間に形成する態様は、特に制限されないが、かかる焼結金属層は比較的厚い層であるため、上記窒化アルミニウム焼結体の少なくとも一方の接合面に凹部 3 を形成し、該凹部 3 に焼結金属層を形成することが好ましい。

【0034】

本発明の A1N 接合体は、前記焼結金属層のシート抵抗が極めて低いが、且つ焼結金属層の反りが著しく少ないという点にある。

【0035】

即ち、焼結金属層のシート抵抗値は、前記したように、層の厚みを厚くすることによってある程度は低下せしめることができるが、限界がある。そこで、本発明にあっては、後述する代表的な製造方法において開示するように、焼結金属層を形成するための導電性ペーストに使用する金属粒子の粒径を小さくすることによって焼結性を高め、緻密な焼結金属層を形成することができ、焼結金属層 2 のシート抵抗値を $1\Omega/\square$ 以下、特に $1 \times 10^{-1}\Omega/\square$ 以下に低減することに成功したのである。かかるシート抵抗値の下限は、焼結金属層 2 を構成する高融点金属の理論抵抗値と層の厚みとによって自ずと決まってくるが、一般には、 $1 \times 10^{-3}\Omega/\square$ である。

【0036】

ところで、上記のような低抵抗の焼結金属層を前記したように比較的厚く形成する場合は、たとえ窒化アルミニウム焼結体に形成するとはいえ、得られる A1N 接合体における

反りの発生問題が生じる。本発明にあっては、後述する代表的な製造方法において開示するように、導電性ペーストを焼成して焼結金属層とする操作を行う前に、窒化アルミニウムを主成分とする接着剤を介して窒化アルミニウム焼結体 1-a、1-b を積層し、これを焼成して接合面で焼結せしめることによって、焼結金属層の形成時の収縮の影響を効果的に防止し、上記シート抵抗値を有しながら、反りが極めて低い A1N 接合体を得ることに成功した。

【0037】

本願明細書において、上記焼結金属層の反り (W) は、図 2 に示すように、焼結金属層 2 に対して直交する切断面において、該焼結金属層の端点を結ぶ線 (一点鎖線) より最も遠い焼結金属層の距離 (R ; μm) を測定し、これを端点間の長さ (L ; mm) により下記式によって求めた値である。

【0038】

$$W (\mu\text{m}/100\text{mm}) = R/L \times 100$$

本発明にかかる A1N 接合体は、上記反りが、 $100\mu\text{m}/100\text{mm}$ 以下、特に、 $70\mu\text{m}/100\text{mm}$ 以下という優れた物性を有する。

【0039】

従来の A1N 接合体は、反りはある程度低いものが提案されているが、そのシート抵抗値は高々 $3\Omega/\square$ 程度であり、静電チャックとして十分満足されるものではない。また、シート抵抗値を下げるために焼結金属層を形成するための金属粒子の粒径を小さくした場合は、従来の製造方法によって得られる A1N 接合体は、後述の比較例で示すように、極めて大きな反りを示す。

【0040】

従って、前記のように低いシート抵抗値を有しながら、反りが極めて小さく抑えられた A1N 接合体は、本発明によって初めて提案されたものである。

【0041】

(窒化アルミニウム接合体の製造方法)

本発明の窒化アルミニウム接合体の製造方法は、特に制限されるものではないが、代表的な方法を例示すれば、下記の方法が挙げられる。

【0042】

即ち、二つの窒化アルミニウム焼結体をタングステン又はモリブデンよりなる焼結金属層を介して下記の工程を含む方法によって接合する。

- (1) 少なくとも一方の窒化アルミニウム焼結体の接合面に焼結金属層を存在させる範囲で凹部を形成する加工工程、
- (2) 上記凹部に粒径 $3.5\mu\text{m}$ 以下のタングステン粉末又はモリブデン粉末を主成分とする導電性ペーストを充填する充填工程、
- (3) 接合面全面に窒化アルミニウムを主成分とする A1N ペーストの層を形成する接着層形成工程、
- (4) 次いで上記ペーストの脱脂処理を行う脱脂工程、
- (5) 窒化アルミニウム焼結体を接合面において $0.5 \sim 10\text{MPa}$ の圧力で圧接させながら、 $1600 \sim 1700^\circ\text{C}$ の温度で $0.5 \sim 4$ 時間加熱する一次焼結工程、
- (6) 次いで、 1800°C を越え、 1900°C 以下の温度で $2 \sim 8$ 時間加熱する二次焼結工程。

【0043】

(窒化アルミニウム焼結体)

本発明の上記製造方法において、窒化アルミニウム接合体を構成するための窒化アルミニウム焼結体は、焼結助剤の含有率を 1 重量% 以下、好ましくは、 0.5 重量% 以下とすることが、後記温度下での処理によって、確実に接合を行うために好ましい。また、前記したように、接合する窒化アルミニウム焼結体は、両方が同一の厚みのものでもよい、異なってもよい。

【0044】

上記窒化アルミニウム焼結体の製造方法は特に制限されないが、一般には、窒化アルミニウム粉末100重量部にアクリルバインダーの如き有機バインダー2～5重量部と、必要に応じて、長鎖炭化水素エーテル系分散剤の如き分散剤0.3～1.0重量部、エタノールの如き分散媒を10～20重量部添加、混合して得られた窒化アルミニウム組成物を板状に成形後、前記有機バインダーを分解除去（脱脂）し、次いで焼成する方法が挙げられる。

【0045】

前記成形は、窒化アルミニウム組成物をスプレードライヤーを用いて造粒した後、造粒粉末を金型成型する。その後、冷間静水圧プレス法により成形する方法が好適である。また、脱脂は、空气中550～650℃で、焼成は、窒素雰囲気中1850～1900℃で行なうことが好ましい。

【0046】

また、上記のようにして得られた焼結体の表面は、面粗さRa: 0.8μm以下となるように研削加工を施すことが、後記の焼結金属層と窒化アルミニウム、更には窒化アルミニウム焼結体同士を強固に接合するのに望ましい。

【0047】

（加工工程：凹部の形成）

上述の方法によって得られた窒化アルミニウム焼結体の接合面には、焼結金属層を存在させる範囲（パターン）で凹部3を形成する。この凹部3は、接合される窒化アルミニウム焼結体の内厚みが厚い焼結体、図1においては窒化アルミニウム焼結体1-aの接合面に形成することが好ましい。

また、凹部の深さは、形成される焼結金属層の厚みに対応して決定される。更に、凹部の形成は、サンドブラスト、マシニング等の公知の方法によって行うことができる。

【0048】

（充填工程：導電性ペーストの充填）

本発明の製造方法において、導電性ペーストには、粒径3.5μm以下、好ましくは1～3μmのタングステン粉末もしくはモリブデン粉末が用いられる。上記粒径が3.5μmを超えると、焼結金属層の緻密化が進まず、焼結金属層内に空孔が生じるためにシート抵抗値が大きくなる。また、上記金属粉末中の粒径10μm以上の粗粒の含有率が1%以下である粉末を用いることは緻密な焼結金属層を形成させるのに好適である。即ち、10μm以上の粗粒が多く存在すると焼結金属層内部に多くの空孔を残すことになり、焼結金属層内部で異常放電を起こすことがある。

【0049】

上記金属粉末のBET法で測定される比表面積は0.1m²/g以上、特に0.1～1.3m²/gが好適に用いられる。即ち、比表面積が0.1m²/gよりも小さい場合、金属粒子間の接触面積が小さくなり、焼結性が悪くなるため、焼結体中に空孔を残し易くなる傾向がある。

【0050】

導電性ペーストの調製は、前記金属粉を使用した公知の組成が特に制限なく採用される。例えば、

前記金属粉100重量部に対して、ターピネオールの如き分散媒12～18重量部、必要に応じて、エチルセルロースの如き分散剤1～5重量部よりなる組成が一般的である。

【0051】

上記導電性ペーストを凹部3に充填する方法は、特に制限されないが、塗布、スクリーン印刷等が一般に採用される。

【0052】

導電性ペーストの充填に際し、前記凹部に充填する導電性ペーストを、凹部の体積に対して、ペースト乾燥後、固形分換算で1.05～1.5倍、好ましくは、1.1～1.3の体積となるように充填することが好ましい。即ち、前記粒径を有する金属粉を含有する上記導電性ペーストは、収縮性が激しく、かかる収縮をより緩和するために凹部に対して

、特定の割合で増加せしめて充填することによって、得られる A1N 接合体の反りを一層防止することができる。

【0053】

(接着層形成工程)

本発明の A1N 接合体の製造方法においては、上記導電性ペーストを充填後、該ペースト充填面を含む接合面全面に窒化アルミニウムを主成分とする窒化アルミニウムペースト（以下、A1N ペーストともいう）の層を形成することが重要である。即ち、従来の方法によれば、凹部に充填された導電性ペーストは、窒化アルミニウム焼結体の接合前に焼成され、次いで、接合が行なわれていた。

【0054】

しかし、前記粒径が小さい金属粒子を採用する本発明において上記方法を適用した場合、導電ペーストの焼成時に窒化アルミニウム焼結体が湾曲してしまい、反りが顕著となり、その後、他方の窒化アルミニウム焼結体を接合することを困難とすると共に、接合後も反りが残存する。

【0055】

接合面に前記窒化アルミニウムを主成分とする A1N ペースト層を形成することは、金属ペーストが焼結する過程で起きる収縮によって、接合界面に生じる隙間を補完する役割があるとともに、窒化アルミニウム焼結体同士の接合をより強固なものにする効果がある。また、A1N ペーストを金属ペーストを塗布・乾燥後に、これを焼結することなく、A1N ペーストの層を形成することは、金属ペースト上への A1N ペーストの塗れ性が、焼結金属層に比べ良好であり、接合を行う際に、同時に焼結させた場合の方が焼結金属層と窒化アルミニウム基板の密着性を良好とするために極めて重要な意味を有する。

【0056】

上記 A1N ペーストによる接着層の形成は、前記導電性ペーストを充填する場合と同様、塗布或いは印刷による方法が採用される。また、接着層の厚みは、10～100 μm が適当である。

【0057】

(脱脂工程)

上記 A1N ペーストによる接着層の形成後、導電性ペースト及び A1N 接合体の脱脂を行なう。

【0058】

かかる脱脂の条件は、窒素雰囲気下、温度 850～950℃、好ましくは、880～930℃が適当である。

【0059】

(一次、二次焼結工程)

本発明の A1N 接合体の製造方法において、導電性ペーストを脱脂した層を有する窒化アルミニウム焼結体と他方の窒化アルミニウム焼結体との接合は、両者を積層し、加圧下に一次焼結工程と二次焼結工程との 2 段階で加熱を行うことが重要である。

【0060】

先ず、一次焼結工程では、0.5～10 MPa、好ましくは、1～30 MPa の圧力で圧接しながら、1600～1700℃、好ましくは 1650～1700℃ の温度で 0.5～4 時間、好ましくは、1～2 時間加熱して処理を行うことが好ましい。

【0061】

また、2 段階では、1800℃を越え、1900℃以下、好ましくは 1850～1890℃ の温度で 2～8 時間、好ましくは、4～6 時間加熱することが目的とする窒化アルミニウム接合体を得るために好ましい。

【0062】

即ち、上記方法において、一次焼結工程の加熱温度を一度に二次焼結工程の温度まで上昇して処理を行った場合、接合基板に大きな反りが発生するという問題が生じ、加熱温度が 1650℃より低い場合、接合しないという問題が生じる。

【0063】

また、一次焼結工程の加熱時間が上記範囲より短い場合は、前述の一次焼結工程の加熱温度を二次焼結工程の温度まで上昇させた場合と同様に反りの問題が生じ、また、上記範囲より長い場合は、焼結金属層金属の基板への拡散が進み、焼結金属層の基板内分布が不均一になるという問題が生じる。

【0064】

一方、二次焼結工程の加熱温度が、前記範囲より高い場合、焼結金属層の窒化アルミニウム基板への拡散が進み、焼結金属層分布が不均一になり、また、焼結金属層の反りが大きくなるという問題が生じ、加熱温度が1800℃より低い場合、焼結金属層が緻密化せず、シート抵抗値が大きくなるという問題が生じる。

【0065】

また、二次焼結工程の加熱時間が上記範囲より短い場合は、接合不充分により、接合界面で容易に剥離するという問題が生じ、また、上記範囲より長い場合は、反りが大きくなるという問題が生じる。

【0066】

さらに、上記一次焼結工程、二次焼結工程の加熱を通じて、窒化アルミニウム焼結体の接合面に作用する圧力が、前記範囲より小さい場合は、接合力が低下し、また、強すぎる場合は、焼結体の破損が起こり、歩留りが低下する。

【0067】

上記本発明の方法により、反りの発生を抑えながら、目的とする窒化アルミニウム接合体を得ることができる機構について、本発明者らは、次のように推定している。

【0068】

即ち、一次焼結工程の加熱により、接触している焼結体粒子同士が接合し、接合する窒化アルミニウム基板が固定化され、二次焼結工程でより強固な接合が起こることにより、反りが少ない接合体ができると推定される。また、焼結体の一方に塗布したA1Nペーストが導電性ペースト焼結時の収縮により発生する隙間を埋めることに使われるため、窒化アルミニウム同士の接合はもとより、焼結金属層と窒化アルミニウムの接合も隙間なく緻密な界面を有するものとなる。

【実施例】

【0069】

以下、実施例及び比較例を挙げ本発明の効果をより詳しく説明する。尚、本発明は以下に記述する実施例に限定されるものではないことは言うまでもない。
実施例中に示される焼結金属層中の反りおよび焼結金属層のシート抵抗値は下記のようにして測定した。

【0070】

焼結金属層の反り測定

円盤状の接合体を4分割して各断面について、焼結金属層の両端点を結んだ線から焼結金属層までの距離をデジタル式メジャースコープを用いて測定し、最大値をとり反りとした。

【0071】

シート抵抗値測定

接合後の基板の一面を内部の焼結金属層が表面に現れるまで研削し、現れた焼結金属層のシート抵抗値を4探針法にて測定した。

【0072】

吸着力及び耐久性評価

接合後の基板の一面を焼結金属層から0.8mmの厚みになるように研削し誘電層を形成させ、反対側の基板中央に焼結金属層まで直径5mmの穴を開け、直流電圧を印加できるようにリード線を接続した。この接合体を真空にできるチャンバーの中にセットし、誘電層表面にアース接続したシリコンウエハーを載せ、10mTorrまで減圧した後、室温下1.5kV印加しながら、シリコンウエハーを上部へ引張り、外れたときの強度を吸着

力とした。また耐久性評価は、3 kVの直流電圧を金属層に10秒間かけることを100回繰り返して、誘電層の絶縁破壊の有無を確認した。

【0073】

実施例1

直径215 mm、厚み12 mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）トクヤマ、SH-50、Y0.02%、Ra0.4）の一方面に外周から10 mm幅を残してサンドブラストにより、深さ40 μ mの凹部加工を施した。その後、タングステン粉末（（株）アライドマテリアル製、C30、平均粒径2.2 μ m）に分散剤、エチルセルロース（日新化成（株）製、エトセル）、ターピネオール（ヤスハラケミカル（株）製）を加えて調製したペーストをスクリーンを用いて凹部に印刷した。印刷後の基板を乾燥機で80℃、30分間乾燥させた。上記凹部の体積に対するペーストの乾燥後の固形分体積比は、1.3であった。

【0074】

その後、窒化アルミニウム粉末（（株）トクヤマ、Hグレード）にエチルセルロース（日新化成（株）製、エトセル）、ターピネオール（ヤスハラケミカル（株）製）を加えて調製したA1Nペーストを、Wペーストを印刷した面全体にスクリーン印刷した。その後、80℃、30分間乾燥させた後、電気炉で900℃、2時間脱脂した。次に成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をWペースト/A1Nペーストを塗布した面に重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重8.6 t f（圧力2.4 MPa）をかけながら、窒素気流中1650℃で2時間保持した後、昇温速度10℃/分で1850℃まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、窒化アルミニウム接合体を得た。

【0075】

得られた接合体の一方の面を焼結金属層から0.8 mmになるように研削し、裏面には焼結金属層表面まで直径5 mmの穴をあけ、リード線を接続した。チャンバーにセットした後、シリコンウエハーを載せ、10 mTorrまで減圧し、室温下で焼結金属層1.5 kV印加した時の吸着力を測定したところ、230 g/cm²であった。また、直流電圧3 kVを10秒間印加する操作を100回繰り返して耐久性評価を行なった。その結果、誘電層に絶縁破壊は見られなかった。

【0076】

その後、接合体を1/4円に分割し、断面観察して得られた焼結金属層の厚みは40 μ mであり、焼結金属層の反りは、30 μ m/100 mmであった。次に、接合体の一方の面を内部の焼結金属層が表面に現れるまで研削した後、焼結金属層の4探針法でシート抵抗値を測定したところ、 $0.41 \times 10^{-2} \Omega/\square$ であった。

【0077】

実施例2～6

実施例1と同様の基板を用い、実施例1と同様の方法でWペーストおよびA1Nペーストをスクリーン印刷後、ホットプレス炉の保持温度を変えて接合体を得た。接合条件を表1に、接合後の焼結金属層厚み、焼結金属層反り、および焼結金属層のシート抵抗値、吸着力および耐久性評価結果を表2に示す。

【0078】

実施例7～8

実施例1と同様に凹部深さを変えて加工し、実施例1と同様の方法で、WペーストおよびA1Nペーストをスクリーン印刷した後、実施例1と同条件で接合し、接合体を得た。接合条件を表1に、接合後の焼結金属層厚み、焼結金属層反り、および焼結金属層のシート抵抗値、吸着力および耐久性評価結果を表2に示す。

【0079】

実施例9

実施例1と同様の基板を用い、実施例1と同様の方法でWペーストおよびA1Nペーストをスクリーン印刷後、実施例1と同じ温度条件で、プレス荷重を変えて接合し、接合体

を得た。接合条件を表1に、接合後の焼結金属層厚み、焼結金属層反り、および焼結金属層のシート抵抗値、吸着力および耐久性評価結果を表2に示す。

【0080】

実施例10

直径215mm、厚み12mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）トクヤマ、SH-50、Y0.02%、Ra0.4）の一方面に外周から10mm幅を残してサンドブラストにより、深さ40 μ mの凹部加工を施した。その後、モリブデン粉末（東京タングステン株式会社製、TMO-20、平均粒径2.2 μ m）に有機バインダー、有機溶剤を加えて調製したMoペーストをスクリーンを用いて凹部に印刷した。印刷後の基板を乾燥機で80℃、30分間乾燥させた。上記凹部の体積に対するペーストの乾燥後の固形分体積比は、1.2であった。

【0081】

窒化アルミニウム粉末に有機バインダー、有機溶剤を加えて調製したAlNペーストを、Moペーストを印刷した面全体にスクリーン印刷した。その後、80℃、30分間乾燥させた後、電気炉で900℃、2時間脱脂した。次に成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をMoペースト/AlNペーストを塗布した面に重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重8.6tf（圧力2.4MPa）をかけながら、窒素気流中1650℃で2時間保持した後、昇温速度10℃/分で1850℃まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、窒化アルミニウム接合体を得た。

【0082】

得られた接合体の一方の面を焼結金属層から0.8mmになるように研削し、裏面には焼結金属層表面まで直径5mmの穴をあけ、リード線を接続した。チャンバーにセットした後、シリコンウエハーを載せ、10mTorrまで減圧し、室温下で焼結金属層1.5kV印加した時の吸着力を測定したところ、210g/cm²であった。また、直流電圧3kVを10秒間印加する操作を100回繰り返し耐久性評価を行なった。その結果、誘電層に絶縁破壊は見られなかった。

【0083】

基板を1/4円に分割し、断面観察して得られた焼結金属層の厚みは40 μ mであり、焼結金属層の反りは、29 μ m/100mmであった。次に、接合体の一方の面を内部の焼結金属層が表面に現れるまで研削した後、焼結金属層の4探針法でシート抵抗値を測定したところ、 $0.45 \times 10^{-2} \Omega/\square$ であった。

【0084】

比較例1

直径215mm、厚み12mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）トクヤマ、SH-50、Y0.02%、Ra0.4）の一方面に外周から10mm幅を残してサンドブラストにより、深さ5 μ mの凹部加工を施した。その後、タングステン粉末（（株）アライドマテリアル製、C30、平均粒径2.2 μ m）に有機バインダー、有機溶剤を加えて調製したWペーストをスクリーンを用いて凹部に印刷した。印刷後の基板を乾燥機で80℃、30分間乾燥させた。上記凹部の体積に対するペーストの乾燥後の固形分体積比は、1.1であった。

【0085】

窒化アルミニウム粉末に有機バインダー、有機溶剤を加えて調製したAlNペーストを、Wペーストを印刷した面全体にスクリーン印刷した。印刷後、80℃、30分間乾燥させた。その後、電気炉で900℃、2時間脱脂した。次に成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をWペースト/AlNペーストを塗布した面に重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重8.6tf（圧力2.4MPa）をかけながら、窒素気流中1600℃で2時間保持した後、昇温速度10℃/分で1800℃まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、窒化アルミニウム接合体を得た。

【0086】

得られた接合体の一方の面を焼結金属層から0.8mmになるように研削し、裏面には焼結金属層表面まで直径5mmの穴をあけ、リード線を接続した。チャンバーにセットした後、シリコンウエハーを載せ、10mTorrまで減圧し、室温下で焼結金属層1.5kV印加した時の吸着力を測定したところ、 29 g/cm^2 であった。また、直流電圧3kVを10秒間印加する操作を100回繰り返し耐久性評価を行なおうとしたが、8回目の電圧印加時に誘電層に絶縁破壊が起きた。

【0087】

基板を1/4円に分割し、断面観察して得られた焼結金属層の反りは、 $32\text{ }\mu\text{m}/100\text{ mm}$ であった。次に、接合体の一方の面を内部の焼結金属層が表面に現れるまで研削した後、焼結金属層の4探針法でシート抵抗値を測定したところ、 $1.2\text{ }\Omega/\square$ であった。

【0088】

比較例2

直径215mm、厚み12mmの焼結助剤無添加窒化アルミニウム基板（（株）トクヤマ、SH-50、Y0.02%、Ra0.4）の一方面に外周から10mm幅を残してサンドブラストにより、深さ120 μm の凹部加工を施した。その後、タングステン粉末（（株）アライドマテリアル製、C30、平均粒径2.2 μm ）にセルロース、ターピネオールを加えて調製したWペーストをスクリーンを用いて凹部に印刷した。印刷後の基板を乾燥機で80℃、30分間乾燥させた。上記凹部の体積に対するペーストの乾燥後の固形体積比は、1.1であった。

【0089】

窒化アルミニウム粉末に有機バインダー、有機溶剤を加えて調製したAlNペーストを、Wペーストを印刷した面全体にスクリーン印刷した。その後、80℃、30分間乾燥させた後、電気炉で900℃、2時間脱脂した。次に成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をWペースト/AlNペーストを塗布した面に重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重8.6tf（圧力2.4MPa）をかけながら、窒素気流中1600℃で2時間保持した後、昇温速度10℃/分で1800℃まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、窒化アルミニウム接合体を得た。

【0090】

得られた接合体の一方の面を焼結金属層から0.8mmになるように研削し、裏面には焼結金属層表面まで直径5mmの穴をあけ、リード線を接続した。チャンバーにセットした後、シリコンウエハーを載せ、10mTorrまで減圧し、室温下で焼結金属層1.5kV印加した時の吸着力を測定したところ、 35 g/cm^2 であった。また、直流電圧3kVを10秒間印加する操作を100回繰り返し耐久性評価を行なおうとしたが、5回目の電圧印加時に誘電層に絶縁破壊が起きた。

【0091】

その後、基板を1/4円に分割し、断面観察した結果、焼結金属層とAlN基板の間に未接合部が存在した。これは、Wペーストが焼結の際収縮し、そこに発生した隙間をAlNペーストが埋められなかったためである。

【0092】

比較例3

実施例1と同様の基板を用い、実施例1と同様の方法でWペーストおよびAlNペーストをスクリーン印刷後、表1に示すようにホットプレス炉の保持温度を変えて接合体を得た。しかしながら、得られた接合体は、衝撃により接合界面で剥離し、且つ、焼結金属層のシート抵抗値は $3\text{ }\Omega/\square$ であった。接合後の焼結金属層厚み、焼結金属層反り、および焼結金属層のシート抵抗値、吸着力および耐久性評価結果を表2に示す。

【0093】

比較例4

実施例1と同様の基板を用い、実施例1と同様の方法でWペーストおよびAlNペースト

トをスクリーン印刷後、表1に示すようにホットプレス炉の保持温度を変えて接合体を得た。得られた接合体は密着性も良好なものであったが、基板を1/4円に分割し、断面観察した結果、焼結金属層の反りが $620\mu\text{m}/100\text{mm}$ と大きいものであった。また、吸着力は、 $62\text{g}/\text{cm}^2$ であり、耐久性評価では絶縁破壊は起きなかった。

【0094】

比較例5

実施例1と同様の基板を用い、粒径 $5.1\mu\text{m}$ のタングステン粉末（アライドマテリアル（株）製）を用いてWペーストを調製し、塗布した以外は実施例1と同様にして、接合体を得た。得られた接合体を1/4円に分割し、断面観察した結果、焼結金属層に亀裂や $1\mu\text{m}$ 程度の空孔が多く観察された。また、接合体表面を研削した後、内部の焼結金属層のシート抵抗値を測定したところ、 $3.3\Omega/\square$ であった。

【0095】

また、吸着力は $13\text{g}/\text{cm}^2$ であり、耐久性評価では、5回目の電圧印加時に絶縁破壊が起きた。

【0096】

比較例6

実施例1と同様の基板を用い、粒径 $2.2\mu\text{m}$ のタングステン粉末（アライドマテリアル（株）製）を用いてWペーストを調整し、凹部に塗布充填した後、 900°C 、2時間の脱脂を経て、 1750°C 、3時間加熱し、金属層を焼結させた。上記基板の反りを測定すると、 $580\mu\text{m}/100\text{mm}$ であった。上記基板の焼結金属層の存在する面全面にAlNペーストを塗布し、成膜を施していない窒化アルミニウム基板SH-50をAlNペーストを塗布した面に重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重 8.6tf （圧力 2.4MPa ）をかけながら、窒素気流中 1600°C で2時間保持した後、昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で 1800°C まで昇温後、4時間保持した。室温まで冷却後、炉から取り出し、窒化アルミニウム接合体を得た。

【0097】

得られた接合体の一方の面を焼結金属層から 0.8mm になるように研削し、裏面には焼結金属層表面まで直径 5mm の穴をあけ、リード線を接続した。チャンバーにセットした後、シリコンウエハーを載せ、 10mTorr まで減圧し、室温下で焼結金属層 1.5kV 印加した時の吸着力を測定したところ、 $50\text{g}/\text{cm}^2$ であった。また、直流電圧 3kV を 10 秒間印加する操作を 100 回繰り返し耐久性評価を行なおうとしたが、8回目の電圧印加時に接合界面から電流がリークし、電圧が印加できなくなった。

【0098】

基板を1/4円に分割し、断面観察して得られた焼結金属層の反りは、 $530\mu\text{m}/100\text{mm}$ であった。次に、接合体の一方の面を内部の焼結金属層が表面に現れるまで研削した後、焼結金属層の4探針法でシート抵抗値を測定したところ、 $0.6\times 10^{-2}\Omega/\square$ であった。

【0099】

【表1】

	金属 の 種類	金属粉 末粒径 μm	凹部 深さ μm	AlNペースト (接着層)組成 (%)		凹部体積に対 するペースト 固形分体積比	接合前 金属腐蝕 結工程の 有無	接合 温度1 ℃	接合 時間1 時間	接合 温度2 ℃	接合 時間2 時間	圧力 MPa
				AlN	Al以外 の金属							
実施例1	W	2.2	40	100	0	1.3	無	1650	2	1850	4	2.4
実施例2	W	2.2	40	100	0	1.2	無	1600	2	1850	4	2.4
実施例3	W	2.2	40	100	0	1.3	無	1700	2	1850	4	2.4
実施例4	W	2.2	40	100	0	1.2	無	1650	2	1800	4	2.4
実施例5	W	2.2	40	100	0	1.2	無	1650	2	1900	4	2.4
実施例6	W	2.2	40	100	0	1.3	無	1650	2	1850	4	2.4
実施例7	W	2.2	20	100	0	1.2	無	1650	2	1800	4	2.4
実施例8	W	2.2	80	100	0	1.1	無	1650	2	1900	4	2.4
実施例9	W	2.2	40	100	0	1.1	無	1650	2	1850	4	4.0
実施例10	Mo	2.2	40	100	0	1.2	無	1600	2	1800	4	2.4
比較例1	W	2.2	5	100	0	1.1	無	1600	2	1800	4	2.4
比較例2	W	2.2	120	100	0	1.1	無	1650	2	1850	4	2.4
比較例3	W	2.2	40	100	0	1.2	無	1650	2	1750	4	2.4
比較例4	W	2.2	40	100	0	1.2	無	1650	2	1950	4	2.4
比較例5	W	5.1	40	100	0	1.3	無	1650	2	1850	4	2.4
比較例6	W	2.2	40	100	0	1.1	有*	1650	2	1850	4	2.4

*1 1750℃で3時間焼成

【0100】

【表 2】

表 2

	接合 状態	焼結金 属層厚 み μm	焼結 金属層 反り $\mu\text{m}/100\text{mm}$	焼結金属層 シート抵抗 Ω/\square	吸着力 g/cm^2	耐久性評価 (絶縁破壊の 有無)
実施例 1	○	40	30	4.1×10^{-3}	230	無
実施例 2	○	40	29	4.0×10^{-3}	230	無
実施例 3	○	40	32	4.1×10^{-3}	230	無
実施例 4	○	40	25	4.0×10^{-3}	220	無
実施例 5	○	40	50	3.8×10^{-3}	240	無
実施例 6	○	40	30	4.0×10^{-3}	230	無
実施例 7	○	20	30	6.0×10^{-3}	210	無
実施例 8	○	80	50	3.0×10^{-3}	240	無
実施例 9	○	40	30	4.0×10^{-3}	230	無
実施例 10	○	40	29	4.5×10^{-3}	220	無
比較例 1	○	5	32	1.2	29	有 (8回目)
比較例 2	×	120	750	1.1	35	有 (5回目)
比較例 3	×	40	42	3.0	—	—
比較例 4	○	40	620	4.0×10^{-3}	62	無
比較例 5	×	40	40	3.3	13	有 (5回目)
比較例 6	○	40	530	0.6×10^{-2}	50	有 (8回目)

【図面の簡単な説明】

【0101】

【図 1】 本発明の接合体の代表的な態様を示す断面図

【図 2】 A1N接合体における焼結金属層の反りの測定方法を示す概念図

【符号の説明】

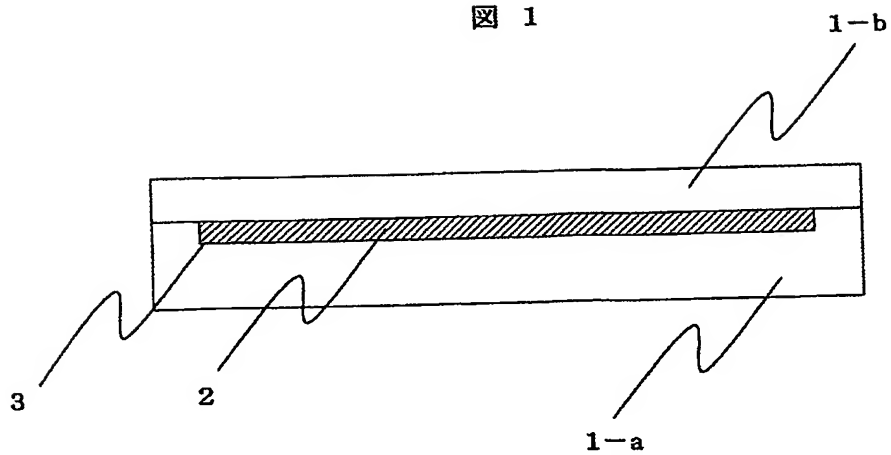
【0102】

- 1-a 窒化アルミニウム焼結体
- 1-b 窒化アルミニウム焼結体
- 2 焼結金属層
- 3 凹部

【書類名】 図面

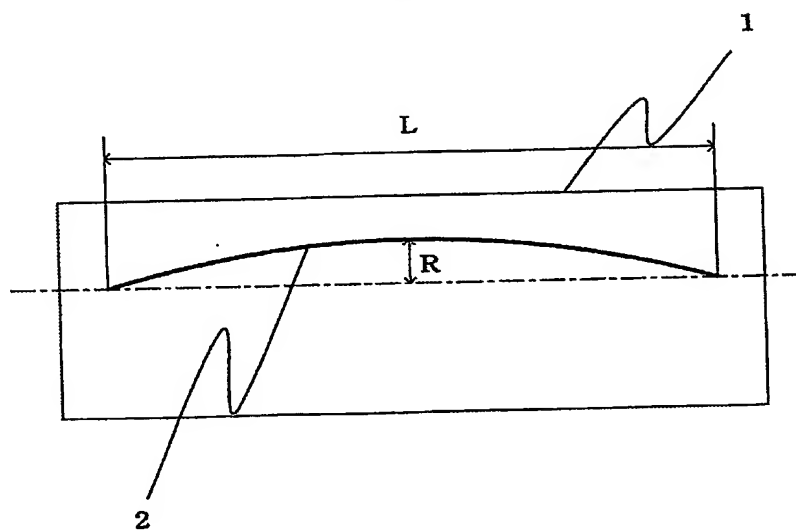
【図 1】

図 1



【図 2】

図 2



【書類名】要約書

【要約】

【課題】半導体製造装置において、半導体ウェハーを保持するための静電チャックとして有用な窒化アルミニウム接合体に関し、焼結金属層を介して接合された窒化アルミニウム焼結体よりなり、上記用途として使用した場合、半導体ウェハーの吸着処理を均一に行なうことを可能にする接合構造体を提供する。

【解決手段】接合面の少なくとも一部に、厚み $15 \sim 100 \mu\text{m}$ のタングステン又はモリブデンよりなる焼結金属層 2 が形成された窒化アルミニウム焼結体 1-a、1-b の接合体であって、前記焼結金属層のシート抵抗値が $1 \Omega/\square$ 以下であり、且つ前記焼結金属層の反りが $100 \mu\text{m}/100 \text{mm}$ 以下である窒化アルミニウム接合体である。

【選択図】 図 1

特願 2003-373074

出願人履歴情報

識別番号

[000003182]

1. 変更年月日
[変更理由]

住所
氏名

2003年 4月23日
住所変更
山口県周南市御影町1番1号
株式会社トクヤマ

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.